

SEM-EBSD 法の測定結果から結晶軸の 方向を求める R 言語用関数

金井 拓人・高木 秀雄

Abstract

The SEM-EBSD method is used to measure the crystallographic orientation of minerals, mainly in the field of structural geology. This method measure how many degrees the crystallographic orientation of the measurement spot rotated from the standard. By calculating rotation angle obtained from the SEM-EBSD measurement, it is possible to determine the direction of crystal axis in the thin section. We developed a function for R programming language to calculate the direction of the crystal axis from the measurement results of the crystallographic orientation by SEM-EBSD method.

キーワード：SEM-EBSD 法, 結晶方位, オイラー角, R 言語

はじめに

マイロナイトに含まれる鉱物の多結晶集合体は、変形環境に応じた格子定向配列（CPO）を示すことが知られている。そのため、CPO パターンは岩石の変形環境を推定する手段として利用されてきた（榊原, 1996; Takeshita et al., 1998; Menegon et al., 2008; 道林, 2012）。従来、CPO をなす鉱物の結晶方位は、偏光顕微鏡とユニバーサルステージによって測定されてきた。しかし、近年では走査型電子顕微鏡（SEM）と後方散乱電子回折（EBSD）による結晶方位測定（SEM-EBSD 法）が主流となりつつある（道林, 2000; 重松, 2001）。早稲田大学地球科学教室では 2009 年に SEM-EBSD 法による分析環境を整備し、試料の研磨条件や観察条件などに関する基礎研究を行ってきた（八下田, 2010MS, 早大卒論; 森山, 2012MS, 早大卒論）。これらの基礎研究により、現在では、金井・高木（2014）などの SEM-EBSD 法を利用した研究が進められている。

SEM-EBSD 法では、測定箇所の結晶方位が基準となる結晶方位からどれだけ回転しているかを測定する。そのため、結晶軸が薄片内でどの方向を向いているかは、SEM-EBSD 法の測定結果を用いて計算によって求める必要がある。測定する鉱物の種類などにより、結晶内のどの方向を扱うかが異なるため、著者らは個別に計算用プログラムを作成してきた。しかし、最近では SEM-

EBSD 法による分析の機会が増えたため、個別の計算用プログラムを一般化することが求められるようになった。今回、SEM-EBSD 法による測定結果から、結晶内の任意の方向が薄片内でどの方向を向いているかを計算するプログラムを開発したので、その原理と使用方法を報告する。

SEM-EBSD 法で測定される結晶方位

1. 鉱物の結晶軸と結晶軸の座標系

一般に、鉱物の形や面、結晶内の方向などを記載するためには結晶軸が用いられる。結晶は結晶軸同士の関係性を用いて、7 種類の結晶系に分類される。すなわち、等軸晶系、正方晶系、六方晶系、三方晶系、斜方晶系、単斜晶系、三斜晶系である。この中で六方晶系と三方晶系は、その対称性から、結晶面や結晶軸の方向を議論する際には必ずしも区別する必要はない。そのため、本稿では三方晶系は六方晶系の一部として扱う。結晶軸は一般に a, b, c という記号で表される 3 本の軸で、 a 軸は前後、 b 軸は左右、 c 軸は上下の方向にむくように定義される慣習になっている。結晶軸の間の角は軸角といい、 c 軸と b 軸、 c 軸と a 軸、 a 軸と b 軸の間の軸角はそれぞれ α, β, γ の記号で表される。結晶学では一般的に、3 つの結晶軸を座標軸とする結晶軸の座標系を設定し、結晶方位や結晶面などの姿勢が記述される。しかし、軸角は 90° になるとは限らないため、結晶軸を数学的な直交座標軸として扱うことはできない。そのため、結晶軸の方向を数学的に扱うために、3 つの座標軸が互いに直交するデカルト座標系を定義する必要がある。デカルト座標系の x 軸、 y 軸、 z 軸は、結晶軸の a 軸、 b 軸、 c 軸の方向を向くように設定する。なお、どの結晶系においてもデカルト座標系の z 軸と結晶軸の座標系の c 軸は一致する。デカルト座標系を K_C で表し、その座標軸を x_C, y_C, z_C とするとき、それぞれの結晶系での結晶軸の方向は Fig. 1 のように表される。

結晶軸の方向は方向データと呼ばれるデータであり、基準方向からの角度を変数として持つ。結晶軸の方向などの 3 次元方向データは、緯度と経度のように、互いに直交する 2 つの基準方向からの角度 ϕ と θ を変数に持つ (新井, 2011)。構造地質学では結晶軸の方向を下半球投影することが多いため、結晶軸の方向を、 y 軸から時計周り方向に測定する方位角 ϕ ($0 \leq \phi < 2\pi$) と、水平面から鉛直方向に測定する沈下角 θ ($0 \leq \theta \leq \pi/2$) によって表すことが一般的である (Fig. 2)。一方で、3 次元方向データは単位球面上の 1 点として扱うことができ、座標軸方向を向く単位ベクトルを基底ベクトルとして、 $\mathbf{p} = (l, m, n)$ で表すことができる (塩野, 2008)。なお、方向データには、ある方向と向きを持ったベクトルとして捉えられるベクトルデータと、方向はあるが向きを持たない軸データが存在する。今回対象としている結晶軸の方向は軸データであるので、 $\mathbf{p} = (l, m, n)$ と $-\mathbf{p} = (-l, -m, -n)$ が等しくなるという点に注意が必要である。このとき l, m, n, ϕ, θ の間には次の関係が成り立つ。

$$l = \sin \phi \cos \theta \quad (1)$$

$$m = \cos \phi \cos \theta \quad (2)$$

$$n = -\sin \theta \quad (3)$$

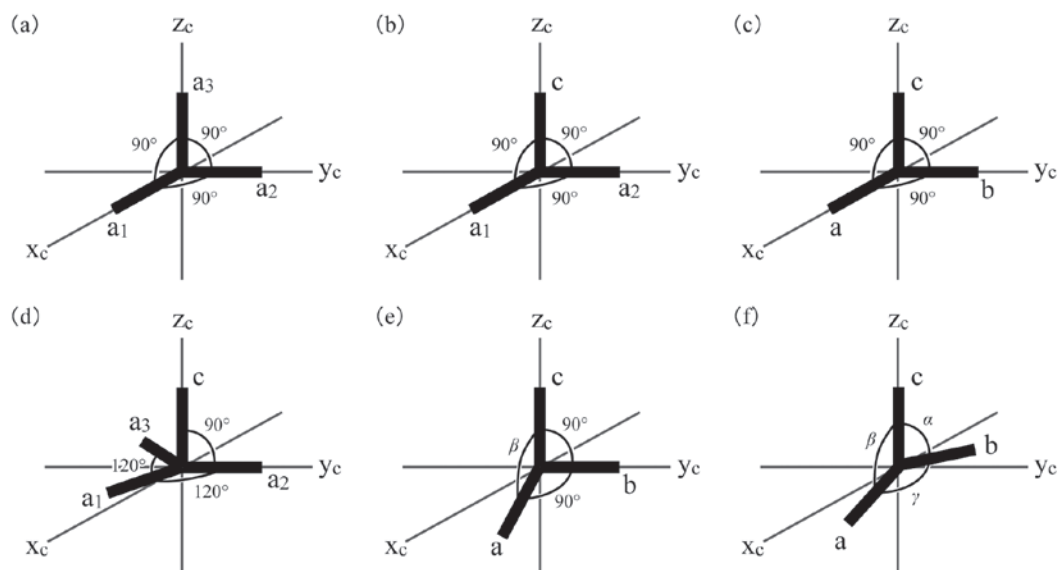


Fig. 1 Relationship between the coordinate axis and the crystalline axis. Gray thin lines and black bold lines express the coordinate axis and the crystalline axis, respectively. (a)cubic, (b)tetragonal, (c) orthorhombic, (d) hexagonal, (e) monoclinic, (f) triclinic.

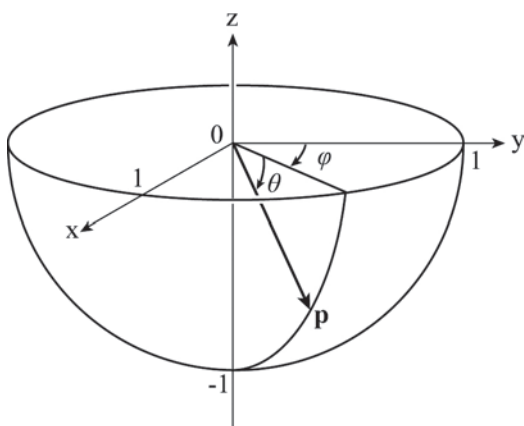


Fig. 2 Definition of trend (ϕ) and plunge (θ) in this report.

この関係を利用すると、それぞれの結晶系における、デカルト座標系 K_C 内での結晶軸の方向は、単位方向ベクトル $V_C = (l_C, m_C, n_C)$ を用いて Table 1 のように表される。

Table 1 Vector notation of the crystalline axis direction.

crystal system	axis	Vc
cubic	a_1	$(1, 0, 0)$
	a_2	$(0, 1, 0)$
	a_3	$(0, 0, 1)$
tetragonal	a_1	$(1, 0, 0)$
	a_2	$(0, 1, 0)$
	c	$(0, 0, 1)$
orthorhombic	a	$(1, 0, 0)$
	b	$(0, 1, 0)$
	c	$(0, 0, 1)$
hexagonal	a_1	$(\sin 120^\circ, \cos 120^\circ, 0)$
	a_2	$(0, 1, 0)$
	a_3	$(-\sin 120^\circ, \cos 120^\circ, 0)$
	c	$(0, 0, 1)$
monoclinic	a	$(\sin \beta, 0, \cos \beta)$
	b	$(0, 1, 0)$
	c	$(0, 0, 1)$
triclinic	a	$\left(\sin^2 \beta - \frac{(\cos \gamma - \sin \alpha \cos \beta)^2}{\sin^2 \alpha}, \frac{\cos \gamma - \sin \alpha \cos \beta}{\sin \alpha}, \cos \beta \right)$
	b	$(0, \sin \alpha, \cos \alpha)$
	c	$(0, 0, 1)$

2. SEM-EBSD 法

SEM を用いて試料に照射された電子のうち、試料内で散乱することで再び試料表面から放出された電子を、後方散乱電子もしくは反射電子という。結晶性試料では、後方散乱電子が結晶面で回折することで菊池パターンと呼ばれる回折像が形成される (Kikuchi, 1928)。この菊池パターンは結晶構造の情報や結晶方位を示す。SEM-EBSD 法では菊池パターンをスクリーンで像としてとらえ、高感度カメラによってコンピュータに取り込んだ後、Hough 変換によって結晶方位の指数付けがなされる。SEM-EBSD 法については Stojakovic (2012) などを参照のこと。

SEM-EBSD 法による結晶方位の測定結果はオイラー角 (ϕ_1, Φ, ϕ_2) という 3 つの角度の組み合わせによって返される。オイラー角は、主に 3 次元空間内の 2 つの直交座標系の関係を記述する場合などに用いられる。2 つの直交座標系 $\mathbf{K}_A = (\mathbf{x}, \mathbf{y}, \mathbf{z})$ と $\mathbf{K}_B = (\mathbf{X}, \mathbf{Y}, \mathbf{Z})$ が存在するとき、オイラー角を用いて片方の座標系を次のように 3 回回転させると、他方の座標系と一致させることができる。

1. $(\mathbf{x}, \mathbf{y}, \mathbf{z})$ を z 軸まわりに ϕ_1 回転させ、 $(\mathbf{x}', \mathbf{y}', \mathbf{z}')$ を得る。
2. $(\mathbf{x}', \mathbf{y}', \mathbf{z}')$ を \mathbf{x}' 軸まわりに Φ 回転させ、 $(\mathbf{x}'', \mathbf{y}'', \mathbf{z}'')$ を得る

3. $(\mathbf{x}'', \mathbf{y}'', \mathbf{z}'')$ を \mathbf{z}'' 軸まわりに ϕ_2 回転させると, $(\mathbf{X}, \mathbf{Y}, \mathbf{Z})$ となる。

これら 3 回の回転操作は回転行列を用いて次のように表すことができる (Bunge, 1985)。

$$\mathbf{g}_{\phi_1}^z = \begin{bmatrix} \cos\phi_1 & \sin\phi_1 & 0 \\ -\sin\phi_1 & \cos\phi_1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \quad (4)$$

$$\mathbf{g}_{\Phi}^{x'} = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos\Phi & \sin\Phi \\ 0 & -\sin\Phi & \cos\Phi \end{bmatrix} \quad (5)$$

$$\mathbf{g}_{\phi_2}^{z''} = \begin{bmatrix} \cos\phi_2 & \sin\phi_2 & 0 \\ -\sin\phi_2 & \cos\phi_2 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \quad (6)$$

すなわち, ある座標系を別の座標系に変換する回転行列 \mathbf{g} は,

$$\begin{aligned} \mathbf{g} &= \mathbf{g}_{\phi_1}^z \cdot \mathbf{g}_{\Phi}^{x'} \cdot \mathbf{g}_{\phi_2}^{z''} \\ &= \begin{bmatrix} \cos\phi_1\cos\phi_2 - \sin\phi_1\sin\phi_2\cos\Phi & \sin\phi_1\cos\phi_2 + \cos\phi_1\sin\phi_2\cos\Phi & \sin\phi_2\sin\Phi \\ -\cos\phi_1\sin\phi_2 - \sin\phi_1\cos\phi_2\cos\Phi & -\sin\phi_1\sin\phi_2 + \cos\phi_1\cos\phi_2\cos\Phi & \cos\phi_2\sin\Phi \\ \sin\phi_1\sin\Phi & -\cos\phi_1\sin\Phi & \cos\Phi \end{bmatrix} \quad (7) \end{aligned}$$

で表される。この回転行列 \mathbf{g} は orientation matrix と呼ばれる。SEM-EBSD 法の測定結果として得られるオイラー角は, 基準となるデカルト座標系 $\mathbf{K}_C = (\mathbf{x}_C, \mathbf{y}_C, \mathbf{z}_C)$ に対する分析箇所のデカルト座標系 $\mathbf{K}_S = (\mathbf{x}_S, \mathbf{y}_S, \mathbf{z}_S)$ の位置関係を示す (Fig. 3)。

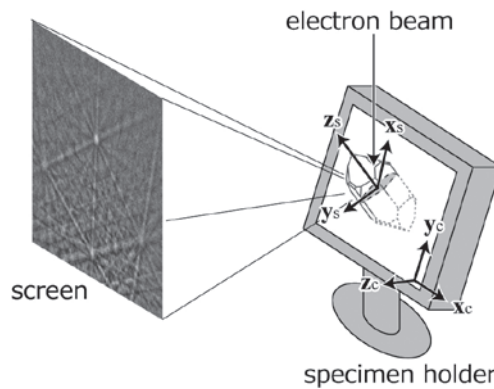


Fig. 3 Relationship between the direction of coordinate axes of the crystal of measurement point $(\mathbf{x}_S, \mathbf{y}_S, \mathbf{z}_S)$ and a standard $(\mathbf{x}_C, \mathbf{y}_C, \mathbf{z}_C)$.

このとき、両者の間には

$$\mathbf{K}_S = \mathbf{g} \cdot \mathbf{K}_C \quad (8)$$

の関係が成り立つ。

3. 結晶軸方向の算出方法

デカルト座標系 \mathbf{K}_C 内での結晶軸の方向を方向ベクトル $\mathbf{V}_C = (l_C, m_C, n_C)$ で表すと、分析箇所での結晶軸の方向ベクトル $\mathbf{V}_S = (l_S, m_S, n_S)$ は、回転行列 \mathbf{g} を用いて

$$\mathbf{V}_S = \mathbf{g} \cdot \mathbf{V}_C \quad (9)$$

で表される。 \mathbf{V}_S は結晶軸の方向を示すベクトルであるので、第 1 式、第 2 式、第 3 式から、結晶軸の方向を表す方位角 ϕ と沈下角 θ を求めることができる。このとき \mathbf{V}_C や \mathbf{V}_S はベクトルデータであるが、結晶軸の方向は軸データであるので $\mathbf{V}_C = -\mathbf{V}_C$ 、 $\mathbf{V}_S = -\mathbf{V}_S$ として扱うことができる。第 3 式より θ は $\theta = -\arcsin n$ で求められるが、 θ の範囲は $0 \leq \theta \leq \pi/2$ であるので、 n は 0 以下である必要がある。そのため、第 9 式から得られた n_S が正の場合、 \mathbf{V}_S を $-\mathbf{V}_S$ に変換することで n_S を負にして計算を行う。

R 言語関数 “ebsd”

1. 統計環境 R について

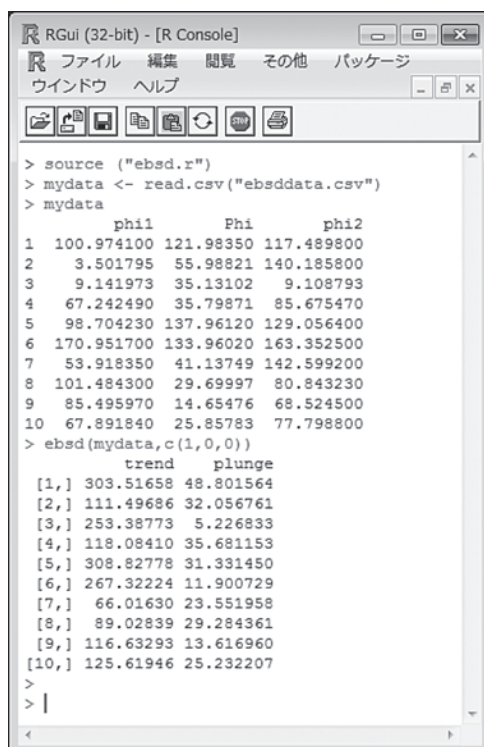
R は統計解析向けプログラミング言語およびその開発実行環境の 1 つである。R を利用する利点として、フリーのオープンソースソフトウェアであること、Windows や Mac OS X をはじめとするマルチプラットフォームに対応していること、ベクトルや行列の計算を高速で処理できること、多くの拡張パッケージが提供されていることなどが挙げられる。R の開発環境を構築するには、R project の web サイト (<http://www.r-project.org/>) からダウンロードしたファイルを展開し、インストーラーを実行すればよい。本稿執筆時点での最新バージョンは 3.1.1 である。R 言語については多くの関連書籍が発行されているので (舟尾, 2009 など)、詳細については文献を参照のこと。

2. 関数の使用方法

今回作成した関数 (付録参照) は、R 言語において関数 `ebsd` として定義される。この関数は、オイラー角で示される方向に回転した結晶内の任意の方向を、方位角と沈下角で表される方向データとして出力するプログラムである。この関数に各種パラメータを引数として与えることで、戻り値として方位角と沈下角で表された方向データを得る (Fig. 4)。

プログラムは以下の手順で使用する。ここでは Windows 用 R3.1.1 を例に解説する。

- (1) 解析するデータファイル (CSV 形式を推奨) を用意する。行は測定番号、列はオイラー角とし、オイラー角の単位は度 ($^{\circ}$) とする。第 1 行は行見出し (ϕ_1, Φ, ϕ_2) とし、列見出し (測定番号など) は削除して第 1 列からオイラー角のデータが始まるようにする。なお、欠損値があ



```

R GUI (32-bit) - [R Console]
> source ("ebbsd.r")
> mydata <- read.csv("ebssdata.csv")
> mydata
      phi1      Phi      phi2
1 100.974100 121.98350 117.489800
2   3.501795  55.98821 140.185800
3   9.141973  35.13102   9.108793
4  67.242490  35.79871  85.675470
5  98.704230 137.96120 129.056400
6 170.951700 133.96020 163.352500
7  53.918350  41.13749 142.599200
8 101.484300  29.69997  80.843230
9  85.495970  14.65476  68.524500
10 67.891840  25.85783  77.798800
> ebbsd(mydata,c(1,0,0))
      trend
[1,] 303.51658 48.801564
[2,] 111.49686 32.056761
[3,] 253.38773  5.226833
[4,] 118.08410 35.681153
[5,] 308.82778 31.331450
[6,] 267.32224 11.900729
[7,]  66.01630 23.551958
[8,]  89.02839 29.284361
[9,] 116.63293 13.616960
[10,] 125.61946 25.232207
>
> |

```

Fig. 4 Screenshot of the R interface, showing an example of output from the function “ebbsd”.

るデータは使用できない。

- (2) Rを起動する。
- (3) 作業ディレクトリにプログラムファイル (ebbsd.r) とデータファイルを置く。現在の作業ディレクトリは

```
> getwd ()
```

で確認できる。ただし “>” はプロンプトを示し、リターンキーを押すことで命令を実行する (以下同様)。

- (4) データファイルを R の変数に付値し、データフレームを作成する。例えば、CSV 形式ファイルのデータをオブジェクト mydata に付値する場合、以下の命令を実行すればよい。

```
> mydata <- read.csv (“データファイル名”)
```

- (5) コマンドラインから以下の命令を実行し、関数 ebbsd を定義する。

```
> source (“ebbsd.r”)
```

あるいは、プログラムの内容をテキストエディタからコピーし、R に直接ペーストしてもよい。

- (6) 定義した関数 ebbsd を実行する。パラメータは以下の通り。

mydata: オイラー角を付値したオブジェクト。

vc: 方向を求めたい結晶内の任意の方向。デフォルトは c 軸方向である $\mathbf{vc} = \mathbf{c} (0,0,1)$ が設定されている。

例えば、オブジェクトを **mydata**, 方向を求めたい結晶内の方向を $\mathbf{c} (1,0,0)$ とする場合,

```
> ebsd (mydata, vc=c (1,0,0))
```

とすれば、関数 **ebsd** は結果を画面に表示する。ただし、パラメータ **vc** の長さが 3 でない場合、および **vc** の大きさが 0 の場合は、関数は NA (欠損値) を返す。なお、結果をファイルに出力する場合は、以下のように、結果をオブジェクトに付値し、関数 **write.table** を実行すればよい。

```
> result <- ebsd (mydata, vc=c (1,0,0))
```

```
> write.table (result, "出力ファイル名", sep = ",")
```

ここで、関数 **write.table** のパラメータ **sep** は出力されるデータの区切り文字を指定する。

おわりに

SEM-EBSD 法は構造地質学の分野では強力な分析方法であり、その有用性は年々高まっている。一方で、多くの既存のソフトウェアは SEM-EBSD 法で測定されたデータを変換せずに利用することができないため、今回作成したようなプログラムが必要となる。今後は SEM-EBSD 法による測定結果をそのまま解析に用いることができるソフトウェアの作成が望まれる。

謝辞

早稲田大学修了生 (現所属：石油資源開発株式会社) の森山功二郎氏には、SEM-EBSD 法による分析やデータの解析方法について議論いただいた。ここに記して厚く御礼申し上げる。

[文献]

- 新井宏嘉, 2011, 地質学における方向データの解析法：円周データの統計学. 地質学雑誌, **117**, 547-564.
- Bunge, H. J., 1985, Representation of preferred orientations. In Wenk, H. R., *ed.*, Preferred orientation in deformed metals and rocks: An introduction to modern texture analysis, Academic Press, New York, 73-108.
- 舟尾暢男, 2009, The R Tips. オーム社.
- 金井拓人・高木秀雄, 2014, 足助剪断帯のシュートタキライトに発達するアミグデールを充填する方解石の変形双晶を用いた古応力解析. 日本地質学会第 121 年学術大会講演要旨, R15-P-4, 277.
- Kikuchi, S., 1928, Diffraction of cathode rays by mica. *Jap. J. Phys.*, **5**, 83-96.
- Menegon, L., Pennacchioni G., Heilbronner, R. and Pittarello, L., 2008, Evolution of quartz microstructure and c-axis crystallographic preferred orientation within ductilely deformed granitoids (Arolla unit, Western Alps). *Jour. Struct. Geol.*, **30**, 1332-1347.
- 道林克禎, 2000, SEM-EBSP システムによるカンラン岩の結晶方位解析. 構造地質, **44**, 63-66.
- 道林克禎, 2012, かんらん石ファブリック：上部マントル構造を知る手がかり. 岩石鉱物科学, **41**, 267-274.
- 榎原信夫, 1996, 石英の変形微細組織と格子定向配列による変形温度・歪速度の推定. 地質学雑誌, **102**, 199-210.
- 重松紀生, 2001, 走査型電子顕微鏡後方散乱電子回折法 (SEM-EBSD) による石英—長石質ウルトラマイロナイトの結

- 晶方位解析. 構造地質, **45**, 65-68.
- 塩野清治, 2008, 地質図学のためのベクトル入門. 地質情報, **19**, 13-46.
- Stojakovic, D., 2012, Electron backscatter diffraction in materials characterization. *Processing and Application of Ceramics*, **6**, 1-13.
- Takeshita, T., Nishikawa, O., Tagami, M. and Ando, J., 1998, Progress in the studies of texture development in quartzite: recent topics. *Mem. Geol. Soc. Japan*, **50**, 21-32.

付録 (ebsd.r)

```

# -----
# ebsd ver. 1.0
#
# August, 2014
# Developed by T. Kanai, H. Takagi
# -----

eul2g <- function(eul){
  res <- c(cos(eul[1])*cos(eul[3])-sin(eul[1])*sin(eul[3])*cos(eul[2])
    ,sin(eul[1])*cos(eul[3])+cos(eul[1])*sin(eul[3])*cos(eul[2])
    ,sin(eul[3])*sin(eul[2])
    ,-cos(eul[1])*sin(eul[3])-sin(eul[1])*cos(eul[3])*cos(eul[2])
    ,-sin(eul[1])*sin(eul[3])+cos(eul[1])*cos(eul[3])*cos(eul[2])
    ,cos(eul[3])*sin(eul[2])
    ,sin(eul[1])*sin(eul[2])
    ,-cos(eul[1])*sin(eul[2])
    ,cos(eul[2]))
  return(res)
}

vec2tp <- function(vec){
  if(vec[3]>0){vec <- vec*(-1)}
  pl <- -asin(vec[3])
  l <- vec[1]/cos(pl)
  m <- vec[2]/cos(pl)
  tr <- acos(l)
  if (m < 0){tr <- 2*pi-tr}
  tr <- (5/2*pi - tr%% (2*pi))%% (2*pi)
  return(c(tr,pl)*180/pi)
}

ebsd <- function(mydata, vc = c(0,0,1)){

```

```
if (length(vc)!= 3){
  print ( "Length of vc is not 3" )
  return(NA)
}
if (sum(vc^2)== 0){
  print ( "Magnitude of vc is 0" )
  return(NA)
}
vc <- vc/sqrt(sum(vc)^2)

mydata <- as.matrix(mydata)/180*pi
N <- nrow(mydata)
res <- matrix(,N,2)
colnames(res)<- c( "trend" ," plunge" )
for (i in 1:N){
  res[i,] <- vec2tp(as.numeric(matrix(eul2g(c(mydata[i,])),3,3) % *% vc))
}
return(res)
}
```

```
# EOF
```